

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-158105

(43)Date of publication of application : 31.05.2002

(51)Int.Cl.

H01F 1/053
B22F 3/24
C23C 22/07
C23C 22/13
C23C 22/18
C23C 22/22
C23C 28/00
C25D 7/00
H01F 41/02
// C22C 38/00

(21)Application number : 2000-349617

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 16.11.2000

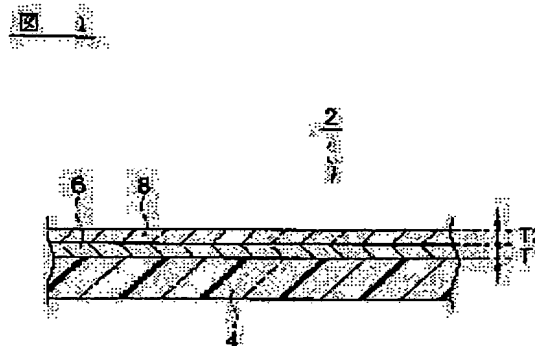
(72)Inventor : HATTA MASAATSU
UCHIYAMA RYOTA

(54) MAGNET AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnet which can reduce dispersion in bonding strength, realize large bonding strength and realize effective bonding operation by effectively eliminating setting defect of adhesive which is inactive to a nickel plating film.

SOLUTION: A magnet (2) has an R-TM-B rare earth magnet body (4) comprising R (R is one or more kinds of rare earth elements including Y), TM (TM is an Fe-base transition element) and B, a protection film (6) comprising a nickel plating film formed in a surface of the magnet body, and a 0.1 μ m or less-thick phosphoric acid film (8) formed through phosphoric acid treatment by using treatment liquid containing no fluoride in a surface of the protection film.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

21.06.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

14.12.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2005-00837

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 13.01.2005

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2002-158105
(P2002-158105A)

(43)公開日 平成14年5月31日(2002.5.31)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
H 0 1 F 1/053		B 2 2 F 3/24	1 0 2 Z 4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/24	1 0 2	C 2 3 C 22/07	4 K 0 2 4
C 2 3 C 22/07		22/13	4 K 0 2 6
22/13		22/18	4 K 0 4 4
22/18		22/22	5 E 0 4 0
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2000-349617(P2000-349617)

(22)出願日 平成12年11月16日(2000.11.16)

(71)出願人 000003067

ティーディーケー株式会社
東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72)発明者 八田 誠厚

東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内

(72)発明者 内山 良太

東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内

(74)代理人 100097180

弁理士 前田 均 (外2名)

最終頁に続く

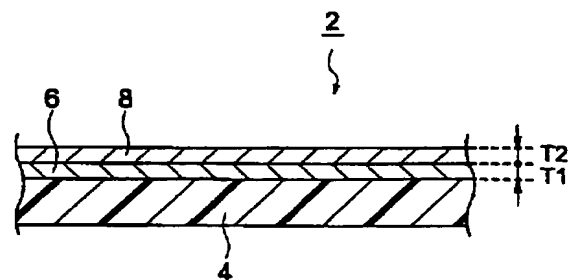
(54)【発明の名称】 磁石およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 ニッケルメッキ膜に対して反応不活性な接着剤の硬化不良を効果的に解消し、接着強度のバラツキが小さく、しかも大きな接着強度を得ることができ、接着作業の効率化を実現できる磁石を提供する。

【解決手段】 磁石(2)は、R(ただし、RはYを含む希土類元素の一種以上)、TM(ただし、TMはFeを主成分とする遷移元素)およびBを含むR-TM-B系希土類磁石本体(4)と、前記磁石本体の表面に形成されたニッケルメッキ膜からなる保護膜(6)と、前記保護膜の表面に、フッ化物を含まない処理液を用いてリン酸塩処理して形成された0.1μm未満の厚みを持つリン酸塩被膜(8)とを有する。

図 1



【特許請求の範囲】

【請求項1】 希土類元素を含む磁石本体と、
前記磁石本体の表面に形成されたニッケルメッキ膜からなる保護膜と、
前記保護膜の表面に形成された0.1 μ m未満の厚みを持つリン酸塩被膜とを有する磁石。

【請求項2】 前記リン酸塩被膜が、フッ化物を含まない処理液を用いてリン酸塩処理して形成してあることを特徴とする請求項1に記載の磁石。

【請求項3】 前記磁石本体と前記保護膜との間に形成された、銅を主成分とする下地層をさらに有する請求項1または2に記載の磁石。

【請求項4】 前記磁石本体が、R（ただし、RはYを含む希土類元素の一種以上）、TM（ただし、TMはFeを主成分とする遷移元素）およびBを含むR-TM-B系希土類磁石である請求項1～3のいずれかに記載の磁石。

【請求項5】 希土類元素を含む磁石本体の表面に、電気メッキを行い、ニッケルメッキ膜からなる保護膜を形成する工程と、
前記保護膜の表面に、フッ化物を含まない処理液を用いてリン酸塩処理を行い、リン酸塩被膜を形成する工程とを有する磁石の製造方法。

【請求項6】 前記リン酸塩処理が、リン酸錫処理、リン酸鉄処理、リン酸マンガン処理、リン酸亜鉛処理およびリン酸亜鉛カルシウム処理、のいずれかである請求項5に記載の磁石の製造方法。

【請求項7】 前記処理液のpHが4以下であり、前記リン酸塩処理の処理温度が20～50℃であることを特徴とする請求項5に記載の磁石の製造方法。

【請求項8】 前記処理液には、硝酸イオンが2～30g/lの割合で含有してあることを特徴とする請求項5に記載の磁石の製造方法。

【請求項9】 前記保護膜を形成する前に、前記磁石本体の表面に、アルカリ溶液を用いて脱脂処理を行い、酸による化学エッチングを施し、前記磁石本体の表面を清浄化する第1前処理工程を有する請求項5に記載の磁石の製造方法。

【請求項10】 前記リン酸塩被膜を形成する前に、前記保護膜の表面に、アルカリ溶液を用いて脱脂処理を行い、洗浄する第2前処理工程を有する請求項5に記載の磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁石およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】Nd-Fe-B系磁石は、磁気特性が高いこと、主要材料であるFeが豊富で安価であること、希土類であるNdがSmに比べて資源的に有利で安価な

こと、供給が不安定で高価なCoを使用しないこと、などの理由から、近年では、Sm-Co系磁石に代わり希土類磁石の主流となっている。

【0003】Nd-Fe-B系磁石は、このままで使用すると一般の鉄鋼材質と比較して非常に腐食し易いという欠点を有していることから、さまざまな表面処理が施されてきた。

【0004】Nd-Fe-B系磁石の防錆処理は、安価で耐食性に優れるニッケルメッキが広く採用されている。そして、磁石表面のニッケルメッキ上に接着剤を介して他の部材を固定して使用される。この種の接着剤には、エポキシ系接着剤や嫌気性アクリル系接着剤を使用することが多く、特に嫌気性アクリル系接着剤は作業性が良く、硬化温度が低いため熱減磁が少ないことから、好んで選定されることが多い。

【0005】しかしながら、嫌気性アクリル系接着剤は、鉄や銅に対しては活性が高く、その結果、迅速に反応するのに対し、被着体がニッケルである場合、反応性が乏しいという欠点がある。ニッケルを代表とする反応不活性な被着体を接着する場合、接着面に活性剤（プライマー）処理を施すが、小物形状の場合は作業性が著しく低下して嫌気性アクリル系接着剤の長所を生かせないのみならず、接着工程におけるコストアップの要因となっていた。

【0006】ところで、鉄鋼やアルミニウムの塗装下地処理として、リン酸亜鉛処理が広く採用されている。鉄鋼やアルミニウムにリン酸亜鉛処理を施した場合、その表面にリン酸塩の結晶が被膜として析出して塗装被膜の密着性が向上することが知られている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、こうした鉄鋼やアルミニウムの塗装下地処理に用いられている技術を、そのままニッケルメッキに適用した場合、ニッケルの耐食性が優れているため処理溶液中で十分に反応せず、リン酸塩の結晶が表面に析出しなかった。

【0008】なお、特開平6-318512号公報では、Nd-Fe-B系磁石本体表面に形成されたニッケルメッキ膜の表面を、フッ化物を含む酸を用いて予め活性化させた後、さらにフッ化物を含むリン酸亜鉛溶液で処理して、前記ニッケルメッキ膜表面に膜厚0.1～10 μ mのリン酸亜鉛被膜を形成し、このようなリン酸亜鉛被膜の効果により、ニッケルメッキ膜表面の接着性を改善する方法が開示してある。ここでは、フッ化物がニッケルメッキ表面を強制的に溶解し、活性化させるため、ニッケルメッキ上にリン酸亜鉛の結晶が被膜として形成されており、接着強度が改善されている。

【0009】しかしながら、上記公報記載の方法によると、フッ化物を含む酸による前処理（活性化処理）の状態により接着強度が大きく変化することがあり、また、リン酸亜鉛被膜の膜厚制御が困難という欠点もあり、生

産レベルで安定した接着強度を得ることが困難であった。このため、生産レベルで安定した接着強度が得られ、接着作業の効率化を実現できる技術の開発が望まれていた。

【0010】本発明の目的は、ニッケルメッキ膜に対して反応不活性な接着剤の硬化不良を効果的に解消し、接着強度のパラツキが小さく、大きな接着強度を得ることができ、その結果、接着作業の効率化を実現できる磁石を提供することである。また本発明は、このような磁石を効率よく製造できる磁石の製造方法を提供することも目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、磁石本体表面に形成されたニッケルメッキ膜の表面を、特定組成の処理液を用いてリン酸塩処理を行うことにより、前記ニッケルメッキ膜表面に形成されるリン酸塩被膜の厚み制御が容易となり、その結果、ニッケルメッキ膜表面の接着性改善を生産レベルで安定して行うことができ、接着作業の効率化を実現できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0012】磁石の製造方法

すなわち、本発明に係る磁石の製造方法は、希土類元素を含む磁石本体の表面に、電気メッキを行い、ニッケルメッキ膜からなる保護膜を形成する工程と、前記保護膜の表面に、フッ化物を含まない処理液を用いてリン酸塩処理を行い、リン酸塩被膜を形成する工程とを有する。

【0013】好ましくは、前記処理液の pH が、4 以下である。

【0014】好ましくは、前記リン酸塩処理の処理温度が、20～50℃である。

【0015】好ましくは、前記処理液には、硝酸イオンが2～30 g/l の割合で含有してある。

【0016】好ましくは、前記保護膜を形成する前に、前記磁石本体の表面に、アルカリ溶液を用いて脱脂処理を行い、酸による化学エッチングを施し、前記磁石本体の表面を清浄化する第1前処理工程を有する。

【0017】好ましくは、前記リン酸塩被膜を形成する前に、前記保護膜の表面に、アルカリ溶液を用いて脱脂処理を行い、洗浄する第2前処理工程を有する。

【0018】アルカリの一例としての NaOH は、安価で、入手しやすく、しかも脱脂効果が高いため、これを主成分とするアルカリ溶液を用いることが好ましい。

【0019】好ましくは、前記リン酸塩被膜を形成した後、磁石本体をアルコール浸漬して風乾する。

【0020】磁石

本発明に係る磁石は、希土類元素を含む磁石本体と、前記磁石本体の表面に形成されたニッケルメッキ膜からなる保護膜と、前記保護膜の表面に形成された0.1 μm 未満の厚みを持つリン酸塩被膜とを有する。

【0021】好ましくは、前記リン酸塩被膜が、フッ化

物を含まない処理液を用いてリン酸塩処理して形成される。

【0022】好ましくは、前記磁石本体と保護膜との間に形成された、銅を主成分とする下地層をさらに有する。

【0023】共通事項

前記リン酸塩としては、リン酸錫、リン酸鉄、リン酸マンガン、リン酸亜鉛、リン酸亜鉛カルシウムなどが例示される。

【0024】前記磁石本体としては、本発明では希土類元素を含んでいれば特に限定されないが、R（ただし、RはYを含む希土類元素の一種以上）、TM（ただし、TMはFeを主成分とする遷移元素）およびBを含むR-TM-B系希土類磁石である場合に、特に効果が大きい。R-TM-B系希土類磁石の代表例が、Nd-Fe-B系希土類磁石である。

【0025】

【作用】本発明に係る磁石では、ニッケルメッキ膜からなる保護膜の表面にリン酸塩被膜を0.1 μm 未満と極めて薄く形成することにより、前記リン酸塩被膜にかかる内部応力を小さくできる。このため、この極薄のリン酸塩被膜の上に、たとえば嫌気性アクリル系接着剤などの各種接着剤を接着しても、前記リン酸塩被膜が破壊されるおそれは極めて少ない。一方、リン酸塩被膜の厚みが0.1 μm 未満であっても、破壊されずに、均一に被膜が形成され、安定した接着強度を得ることが期待できる。すなわち、本発明では、リン酸塩被膜の厚みを極めて薄く形成することにより、当該リン酸塩被膜の内部応力による破壊を防止して厚みの均一化を確保し、その結果、ニッケルメッキ膜に対して反応不活性な各種接着剤（たとえば嫌気性アクリル系接着剤）の硬化阻害を効果的に抑制でき、接着作業の効率化を実現できる。

【0026】本発明に係る磁石の製造方法では、希土類元素を含む磁石本体の表面に形成されたニッケルメッキ膜からなる保護膜の表面にリン酸塩被膜を形成するに際し、フッ化物を含まない処理液を用いてリン酸塩処理を行う。このため、リン酸塩被膜の膜厚制御が容易となり、厚みが0.1 μm 未満のリン酸塩被膜を生産レベルで安定して形成することができる。

【0027】本発明に係る磁石の具体的な用途は、特に限定されないが、各種産業用回転機器、民生用回転機器、光ピックアップ装置などが例示される。

【0028】産業用回転機器としては、自動車やオートバイなどに使用される各種モータ；工作機械の駆動系などが例示される。民生用回転機器としては、VTR、CD、MD、DVD、カセットステレオなどに使用される各種モータ；OA機器（コンピュータ、プリンタ、複写機など）のモータなどが例示される。

【0029】光ピックアップ装置は、記録媒体である光ディスクに情報を記録再生するためのものであり、一般

に、対物レンズを光ディスクのトラッキング方向やフォーカス方向に移動させる対物レンズ駆動装置と、取り付け台上に光源や受光部などが設けられ、対物レンズを介して、光ディスクにレーザ光を投射し、その反射光を検出する光学系ブロックと、から構成される。本発明の磁石を光ピックアップ装置に用いる場合、当該磁石は、対物レンズ駆動装置の構成部材である磁気回路に用いられる。

【0030】

【発明の実施の形態】以下、本発明を、図面に示す実施形態に基づき詳細に説明する。図1は本発明の一実施形態に係る永久磁石を示す概略断面図、図2は実施例1、比較例1および比較例5のそれぞれの永久磁石サンプルについて、硬化時間と接着強度との関係を示すグラフである。

【0031】永久磁石

図1に示すように、本実施形態に係る永久磁石2は、磁石本体4の表面に保護膜6が形成してある。保護膜6の表面には、リン酸塩被膜8が形成してある。

【0032】磁石本体

磁石本体4は、本実施形態では、R（ただし、RはYを含む希土類元素の一種以上）、TM（ただし、TMはFeを主成分とする遷移元素）およびBを含むR-TM-B系希土類磁石である。

【0033】R、TMおよびBの含有量は、 $5.5 \text{ 原子} \% \leq R \leq 30 \text{ 原子} \%$ 、 $42 \text{ 原子} \% \leq TM \leq 90 \text{ 原子} \%$ 、 $2 \text{ 原子} \% \leq B \leq 28 \text{ 原子} \%$ 、であることが好ましい。

【0034】希土類元素Rとしては、Nd、Pr、Ho、Tbのうち少なくとも1種、あるいはさらに、La、Sm、Ce、Gd、Er、Eu、Pm、Tm、Yb、Yのうち1種以上を含むものが好ましい。

【0035】なお、Rとして2種以上の元素を用いる場合、原料としてミッシュメタル等の混合物を用いることもできる。

【0036】Rの含有量は、 $5.5 \sim 30 \text{ 原子} \%$ であることが好ましい。Rの含有量が少なすぎると、磁石の結晶構造が α -鉄と同一構造の立方晶組織となるため、高い保磁力（iHc）が得られず、多すぎると、Rリッチな非磁性相が多くなり、残留磁束密度（Br）が低下する。

【0037】TMの含有量は $42 \sim 90 \text{ 原子} \%$ であることが好ましい。TMの含有量が少なすぎると、Brが低下し、多すぎると、iHcが低下する。なお、Feの一部をCoで置換することにより、磁気特性を損うことなく温度特性を改善することができる。この場合、Co置換量がFeの50%を超えると磁気特性が劣化するため、Co置換量は50%以下とすることが好ましい。

【0038】Bの含有量は、 $2 \sim 28 \text{ 原子} \%$ であることが好ましい。Bの含有量が少なすぎると、磁石の結晶構造が菱面体組織となるためiHcが不十分であり、多す

ぎると、Bリッチな非磁性相が多くなるため、Brが低下する。

【0039】また、R、TMおよびBの他、不可避免的な純物として、Ni、Si、Al、Cu、Ca等が全体の3原子%以下含有されていてもよい。

【0040】さらに、Bの一部を、C、P、S、Cuのうちの1種以上で置換することにより、生産性の向上および低コスト化が実現できる。この場合、置換量は全体の4原子%以下であることが好ましい。また、保磁力の向上、生産性の向上、低コスト化のために、Al、Ti、V、Cr、Mn、Bi、Nb、Ta、Mo、W、Sb、Ge、Sn、Zr、Ni、Si、Hf等の1種以上を添加してもよい。この場合、添加量は総計で10原子%以下とすることが好ましい。

【0041】本実施形態における磁石本体4は、実質的に正方晶系の結晶構造の主相を有する。この主相の粒径は、 $1 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度であることが好ましい。そして、通常、体積比で $1 \sim 50 \%$ の非磁性相を含むものである。

20 【0042】保護膜

保護膜6は、電気メッキ法により形成されたメッキ膜で構成される。メッキ膜はニッケルを主成分として含有することが好ましい。ニッケルを主成分とすることにより、保護膜6の強度を高め、優れた防錆効果を発揮できる。

【0043】保護膜6としては、磁石本体4の寸法・形状に応じてラックメッキ、またはパレルメッキが適宜選択される。電気メッキ法により形成されたニッケルメッキ膜からなる保護膜6は、優れた耐食性を得るために無欠陥である必要があることから、保護膜6の厚みT1は、好ましくは $10 \sim 30 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $10 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度である。

【0044】なお、保護膜6を構成するニッケルメッキ膜の種類により、接着性が大幅に変化することはない。しかしながら、磁石本体4と保護膜6との界面にかかる応力の集中を低減させて、接着強度をより高めるためには、磁石本体4と保護膜6との間に下地層（図示省略）をさらに有することが好ましい。下地層は、Cuを主成分として含有することが好ましい。このような下地層を設けた場合に、接着後の磁石体に荷重がかかったときに、Cuが柔らかいために磁石体との界面の一方所に応力が集中することを抑制する働きがあり、接着強度が向上する。下地層の厚みは、特に限定されないが、好ましくは $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度である。

40 【0045】リン酸塩被膜

リン酸塩被膜8は、リン酸塩処理により形成される。リン酸塩被膜8の厚みT2は、本実施形態では、 $0.1 \mu\text{m}$ 未満、好ましくは $0.01 \mu\text{m}$ 以下である。リン酸塩が厚く積層すると、リン酸塩被膜8にかかる内部応力が大きくなり、接着試験を行うと、リン酸塩被膜8が簡単

に破壊される。また、接着剤の硬化条件によってはリン酸塩の結晶水が蒸発し、リン酸塩被膜8にクラックが生じることがある。被膜8の厚みT2を0.1 μ m未満とすることにより、リン酸塩被膜8が結晶構造として顕微鏡で観察できないレベルとなり、厚膜で生じていた不具合が払拭される。

【0046】なお、リン酸塩被膜8が及ぼす接着強度向上効果、特に嫌気性アクリル系接着剤に対する硬化性の向上は、保護膜6の表面にリン酸塩被膜8が存在すれば発現するため、リン酸塩被膜8の厚みT2の下限は、0.001 μ m程度、好ましくは0.005 μ m程度である。

【0047】永久磁石の製造方法

次に、本実施形態に係る永久磁石2の製造方法の一例を説明する。

【0048】(1) まず、磁石本体を製造する。磁石本体4の製造には、粉末冶金法を用いることが好ましい。粉末冶金法による磁石本体4の製造は、以下のようにして行われる。

【0049】まず、所望の組成の合金を、鋳造法やストリップキャスト法などの各種合金製造プロセスを用いて作製する。次いで、得られた合金を、ジョークラッシャー、ブラウンミル、スタンプミルなどの粗粉碎機を用いて10~100 μ m程度の粒径に粗粉碎した後、ジェットミル、アトライターなどの微粉碎機により0.5~5 μ m程度の粒径に微粉碎する。次いで、得られた粉末を、好ましくは磁場中にて成型する。成型時の磁場強度は、好ましくは600kA/m以上である。成型圧力は、好ましくは0.5~5ton/cm²程度である。次いで、得られた成型体を、1000~1200℃で0.5~10時間、焼結し、急冷する。焼結時の雰囲気は、Arガス等の不活性ガスであることが好ましい。この後、好ましくは不活性ガス雰囲気中で500~900℃にて1~5時間、熱処理(時効処理)を行う。

【0050】製造された磁石本体4は、たとえばRがNdである場合に、特に磁気特性に優れるが、C軸と垂直な方向に負の膨張係数を有することが知られている。

【0051】(2) 次に、得られた磁石本体4の表面を脱脂処理した後、酸による化学エッチングを施し、前記磁石本体4の表面を清浄化する(第1前処理)。この第1前処理は、本発明では任意の処理であるが、脱脂処理を行うことにより磁石本体4の表面の汚れを除去でき、確実に保護膜6を形成できるメリットがある。なお、脱脂処理前に、磁石本体4の表面のバリなどを取り除くため、バレル研磨を行ってもよい。

【0052】脱脂処理で用いる脱脂液は、通常の鉄鋼用に使用されているものであれば特に限定されない。一般にNaOHを主成分として、その他添加剤は特定するものでない。

【0053】化学エッチングで使用する酸としては、硝

酸を用いることが好ましい。一般の鋼材にメッキ処理を施す場合、塩酸、硫酸等の非酸化性の酸が用いられることが多い。しかし、本実施形態での磁石本体4のように、磁石本体が希土類元素を含む場合には、これらの酸を用いて処理を行うと、酸により発生する水素が磁石本体の表面に吸蔵され、吸蔵部位が脆化して多量の粉状未溶解物が発生する。この粉状未溶解物は、表面処理後の面粗れ、欠陥および密着不良を引き起こすため、上述した非酸化性の酸を化学エッチング処理液に含有させないことが好ましい。したがって、水素の発生が少ない酸化性の酸である硝酸を用いることが好ましく、さらにアルドン酸またはその塩が同時に含有されているのが表面に目視で確認不可なレベルの凹凸が形成され、塗膜の密着力が向上するのでより一層好ましい。なお、このような密着性の向上は、アルドン酸またはその塩によって選択的に実現し、他の有機酸、例えばクエン酸、酒石酸等では実現しない。

【0054】このような前処理による磁石本体4の表面の溶解量は、表面から平均厚みで5 μ m以上、好ましくは10~15 μ mとするのが好適である。溶解量が少なすぎると、磁石本体の表面の加工による変質層や酸化層を完全に除去できないために、後述する保護膜6が正常に磁石本体4の表面に形成されず、耐食性を悪化させてしまう。

【0055】前処理に用いられる処理液の硝酸濃度は、好ましくは1規定以下、特に好ましくは0.5規定以下である。硝酸濃度が高すぎると、磁石本体4の溶解速度が極めて速く、溶解量の制御が困難となり、特にバレル処理のような大量処理ではバラツキが大きくなり、製品の寸法精度が維持できない。また、硝酸濃度が低すぎると、溶解量の不足となる。このため、硝酸濃度は1規定以下、特に0.5~0.05規定以下とするのが望ましい。また、処理終了時のFeの溶解量は、1~10g/l程度とする。

【0056】前処理を行った磁石本体4の表面から少量の未溶解物、残留酸成分を完全に除去するため、超音波を使用した洗浄を実施することが好ましい。この超音波洗浄は、磁石本体4の表面に錆を発生させる塩素イオンが極めて少ないイオン交換水の中で行うのが好ましい。また、前記超音波洗浄の前後、および前記前処理の各過程で必要に応じて同様な水洗を行ってもよい。

【0057】(3) 次に、前処理が施された磁石本体4の表面に、電気メッキ法により保護膜6を形成する。電気メッキ法を用いて保護膜6を形成することで、高性能耐食膜である保護膜6を低コストで形成できる。Niの電気メッキに用いるメッキ浴としては、塩化ニッケルを含有しないワット浴(すなわち、硫酸ニッケルおよびほう酸を主成分とする)、スルファミン酸浴、ほうフッ化浴、臭化ニッケル浴などが挙げられる。ただし、この場合、陽極の溶解が少なくなるため、ニッケルイオンを浴

に補充することが好ましい。ニッケルイオンは、硫酸ニッケルあるいは臭化ニッケルの溶液として補充するのが好ましい。

【0058】なお、前処理後の磁石本体4の表面に保護膜6を形成する前に、たとえばCuを主成分として含有する下地層（図示省略）を形成する場合には、磁石本体4の表面に対してCuの置換析出を防止するため、pH7～10の弱アルカリ浴中で処理することが好ましい。Cuを主成分として含有する下地層を形成する場合において、上述したニッケルメッキ浴は、上述した例示に限定されるものでなく、塩化ニッケルを含有した浴でニッケルメッキ膜からなる保護膜6を形成しても耐食性を損なうものではない。すなわちこの場合、塩化ニッケルを含有する浴を用いて保護膜6を形成してもよい。

【0059】（4）次に、保護膜6の表面を脱脂処理した後、純水で十分に表面を清浄化する（第2前処理）。この第2前処理も本発明では任意の処理であるが、脱脂処理を行うことにより保護膜6の表面に付着した汚れ（光沢剤などの有機物）を除去でき、確実にリン酸塩被膜8を形成できるメリットがある。

【0060】脱脂処理で用いる脱脂液は、有機物を除去できるものであれば特に限定されないが、アルカリ溶液を使用することが最も効果が高く好ましい。アルカリ溶液は、NaOHを主成分とした、通常の鉄鋼用に使用されているものであればよく、その他添加剤は特定するものでない。

【0061】（5）次に、保護膜6の表面にリン酸塩処理を行い、リン酸塩被膜8を形成する。具体的には、所定の濃度および温度に調整されたリン酸塩浴に、保護膜6が形成された磁石本体4を浸漬し、保護膜6の表面にリン酸塩被膜8を形成する。

【0062】リン酸塩処理に用いる処理液としては、リン酸錫処理液、リン酸鉄処理液、リン酸マンガン処理液、リン酸亜鉛処理液、リン酸亜鉛カルシウム処理液などが例示される。これらの処理溶液のいずれかを使用すれば、ニッケルメッキ膜からなる保護膜6に接着効果が付与される。これらの中の一例としてのリン酸亜鉛処理液の成分としては、特に限定されないが、亜鉛イオン、リン酸イオン、硝酸イオンなどが例示される。これら各イオンの好ましい濃度は、亜鉛イオン：0.4～3.0g/l、特に0.5～2.0g/l、リン酸イオン：5～40g/l、特に7～30g/l、硝酸イオン：2～30g/l、特に2～10g/l、である。

【0063】亜鉛イオン濃度が低すぎると、保護膜6の表面に均一なリン酸塩被膜8を形成できない傾向がある。一方、亜鉛イオン濃度が高すぎると、リン酸塩被膜8の厚みT2が厚くなりすぎ、接着強度が不十分となる傾向がある。

【0064】リン酸イオン濃度が低すぎると、均一なリン酸塩被膜8を形成できない傾向がある。一方、リン酸

イオン濃度が高すぎると、リン酸塩被膜8の形成効果の向上が期待できない。

【0065】硝酸イオンは、ニッケルメッキ膜からなる保護膜6上へのリン酸塩被膜8の形成促進剤として添加される。硝酸イオン濃度が低すぎると、ほとんどニッケルメッキ膜からなる保護膜6の溶解が起こらないため、保護膜6の表面にリン酸塩被膜8を形成できない傾向がある。一方、硝酸イオン濃度が高すぎると、それ以上の被膜形成効果が期待できないのみならず、ニッケルの不動態化を促進し、リン酸塩被膜8の形成を阻害する傾向がある。

【0066】その他のリン酸塩処理溶液、即ちリン酸マンガン、リン酸鉄、リン酸亜鉛カルシウム等においても、リン酸亜鉛と同じ要領で処理を行うことが可能である。

【0067】また、アルミニウムのリン酸亜鉛処理の場合、被膜形成促進剤としてペルオキシドおよびフッ化物が使用されているが、Ni表面を粗し過ぎて接着強度を低下させることがある。このため、反応が比較的緩やかに進行する硝酸イオンを用いるのが好ましい。

【0068】処理液のpHは、4以下であることが好ましい。処理液のpHが高すぎると、処理液中にリン酸亜鉛が溶解できず、リン酸塩の形態が変化し、スラッジ化して溶液中に沈殿するため、ニッケルメッキ膜からなる保護膜6の表面にリン酸塩被膜が形成されない傾向があるからである。なお、処理液のpHが低すぎると、リン酸塩被膜8の形成を妨げ、ニッケルメッキ膜からなる保護膜6を侵し耐湿性を損なうおそれがあるので、その下限は好ましくは2である。

【0069】上記範囲の浴組成における処理温度は、通常の鉄鋼で行われる条件でも得られる接着性に何ら問題を生じないので特に限定されない。しかしながら、処理温度が低すぎると、処理液中での反応が乏しく処理性が低下する傾向がある。一方、処理温度が高すぎると、シミなどが発生して美観を損なうおそれがあるので、処理温度は、好ましくは20～50℃、より好ましくは30～50℃である。

【0070】上記範囲の浴組成における処理時間は、好ましくは3～30分、より好ましくは5～15分である。処理時間が短すぎると、保護膜6の表面に処理液が十分に接触せず、反応不十分となり均一なリン酸塩被膜8を形成できない傾向がある。一方、処理時間が長すぎると、リン酸塩被膜8の厚みT2が0.1μm以上となり、接着強度が低下する傾向がある。すなわち処理時間を特定範囲にすることで、0.1μm未満の厚みを持つリン酸塩被膜8を生産レベルで安定的に成膜できる。

【0071】（6）次に、純水で洗浄を行い、乾燥する。このとき、通常は80～150℃で乾燥を行い表面の水分を除去するが、工程簡略化のためアルコール浸漬して風乾することも好ましい。保護膜6の表面に形成さ

れたリン酸塩被膜 8 は、顕微鏡で観察できないレベルの被膜であるため、水分がある程度除去されていれば、厚膜のような乾燥時の水分蒸発（結晶水含む）による被膜クラック等がほとんど生じない。

【0072】（7）以上の工程を経ることにより、図 1 に示す本実施形態に係る永久磁石 2 が製造される。

【0073】以上、本発明の実施形態について説明してきたが、本発明はこうした実施形態に何等限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内において種々なる態様で実施し得ることは勿論である。

【0074】

【実施例】以下、本発明を、さらに詳細な実施例に基づき説明するが、本発明はこれら実施例に限定されない。

【0075】実施例 1

粉末冶金法によって作成した、 $14.7\text{Nd}-79.2\text{Fe}-6.1\text{B}$ （数字は原子比）の組成からなる鋳塊を、粗粉碎し、さらに不活性ガスによるジェットミル粉碎で平均粒径が約 $3.5\mu\text{m}$ の微粉末を得た。得られた微粉末を、磁場成型し、焼結、熱処理を経て焼結体を得た。得られた焼結体を、 $10\text{mm}\times 20\text{mm}\times$ 厚さ 5mm の大きさに切り出し加工し、さらにバレル研磨処理により面取りを行って、永久磁石本体を得た。

【0076】次いで、この永久磁石本体のサンプルを、アルカリ性脱脂液で洗浄後、エッチングの工程を経て、電気ニッケルメッキを行い、永久磁石本体の表面に、電気ニッケルメッキ膜からなる保護膜を形成した。電気ニッケルメッキ膜からなる保護膜の膜厚は $15\mu\text{m}$ であった。

【0077】次いで、保護膜が形成された永久磁石本体を、アルカリ溶液（メルテックス（株）製、エンドックス Q-576S）で脱脂した後、純水洗浄を行った。

【0078】次いで、下記に示す組成のフッ化物を含まない処理液を用いてリン酸塩（リン酸亜鉛）処理を行った。

亜鉛イオン : 1.0g/l 、
リン酸イオン : 15.0g/l 、
硝酸イオン : 3.2g/l 、
処理温度 : 50°C 、
浸漬時間 : 5 分。

【0079】浸漬後、純水で洗浄を行い 100°C 、10 分の条件で乾燥を行い、永久磁石サンプルを得た。リン酸亜鉛被膜の膜厚を、SEM（Scanning Electron Microscope）で観察したところ、 $0.1\mu\text{m}$ 未満であった。

【0080】実施例 2

リン酸塩処理における処理液への浸漬時間を 30 分とした以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。リン酸亜鉛被膜の膜厚を、SEM で観察したところ、実施例 1 と同様に $0.1\mu\text{m}$ 未満であった。

【0081】実施例 3

下記に示す処理液を用いてリン酸塩（リン酸マンガン）

処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。リン酸マンガン被膜の膜厚を、SEM で観察したところ、実施例 1 と同様に $0.1\mu\text{m}$ 未満であった。

【0082】

マンガンイオン : 1.2g/l 、
鉄イオン : 0.3g/l 、
リン酸イオン : 16.0g/l 、
硝酸イオン : 4.0g/l 。

10 【0083】実施例 4

下記に示す処理液を用いてリン酸塩（リン酸亜鉛カルシウム）処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。リン酸亜鉛カルシウム被膜の膜厚を、SEM で観察したところ、実施例 1 と同様に $0.1\mu\text{m}$ 未満であった。

【0084】

20 亜鉛イオン : 1.0g/l 、
カルシウムイオン : 0.3g/l 、
リン酸イオン : 14.0g/l 、
硝酸イオン : 3.0g/l 。

【0085】比較例 1

リン酸亜鉛処理を行わなかった以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。

【0086】比較例 2

フッ化物を含む酸（日本マグダーミッド（株）製、メテックスアシッドソルト M-629、 120g/l ）からなる処理液を用いてリン酸亜鉛処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。リン酸亜鉛被膜の膜厚を、電子顕微鏡を用いて断面観察を行って算出したところ、 $3\mu\text{m}$ であった。

【0087】比較例 3

下記に示す処理液を用いてリン酸亜鉛処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。リン酸亜鉛被膜の膜厚を、比較例 2 と同様にして算出したところ、 $8\mu\text{m}$ であった。

【0088】

30 亜鉛イオン : 1.0g/l 、
リン酸イオン : 15.0g/l 、
硝酸イオン : 3.2g/l 、
珪フッ化水素酸 : 2.0g/l 。

【0089】比較例 4

下記に示す処理液を用いてリン酸亜鉛処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして、永久磁石サンプルを得た。リン酸亜鉛被膜の膜厚を、比較例 2 と同様にして算出したところ、 $12\mu\text{m}$ であった。

【0090】

50 亜鉛イオン : 1.0g/l 、
リン酸イオン : 15.0g/l 、
硝酸イオン : 3.2g/l 、
珪フッ化水素酸 : 5.0g/l 。

【0091】比較例5

ニッケルメッキ膜からなる保護膜をアルカリ脱脂した後、20g/lの無水クロム酸溶液に40℃、10分浸漬することにより、保護膜の表面にクロメート被膜を形成した以外は、実施例1と同様にして、永久磁石サンプルを得た。クロメート被膜の膜厚を、比較例2と同様にして算出したところ、0.8μmであった。

【0092】評価方法

リン酸亜鉛被膜と接着強度との比較を行うために、以下の試験を行った。実施例1～4および比較例1～5により得られた、それぞれの永久磁石サンプルのリン酸亜鉛被膜の表面に、嫌気性アクリル系接着剤（ロックタイト638UV）を0.008～0.010g程度塗布し、表面が洗浄された鉄板に圧着した後、100℃に昇温した乾燥機に30分投入後、圧縮せん断試験を行った。サンプル数を各10個とし、その平均値を接着強度とし

表 1

	リン酸亜鉛被膜の 膜厚(μm)	接着強度(N/mm ²)		
		平均値	最大値	最小値
実施例1	<0.1	7.2	7.4	6.7
実施例2	<0.1	7.1	7.6	6.7
実施例3	<0.1	7.4	7.8	7.1
実施例4	<0.1	7.0	7.3	6.5
比較例1	0	2.2	2.7	0.9
比較例2	3	4.3	7.5	3.2
比較例3	8	3.8	6.8	3.3
比較例4	12	3.9	6.3	2.8
比較例5	0.8	3.9	5.7	2.8

【0095】

【表2】

表 2

	取出時間(分)			
	3	5	10	15
	接着強度 (N/mm ²)			
実施例1	1.0	1.7	5.4	6.9
比較例1	0.2	0.4	1.4	2.0
比較例5	0.3	0.7	3.1	4.2

【0096】考察

表1に示すように、リン酸亜鉛被膜の膜厚が0.1μm未満である実施例1～4の磁石サンプルでは、比較例1～5の磁石サンプルと比較して、接着強度が格段に優れており、しかもそのバラツキが少ないことも確認できた。

【0097】表2および図2に示すように、実施例1の

た。圧縮せん断試験は室温で5mm/分の速度で行った。結果を表1に示す。

【0093】硬化時間と接着強度との比較を行うために、以下のような試験を行った。実施例1および比較例1、5により得られた、それぞれの永久磁石サンプルのリン酸亜鉛被膜の表面に、嫌気性アクリル系接着剤（ロックタイト638UV）を0.002～0.003g程度塗布し、表面が洗浄された鉄板に圧着した後、予め100℃に昇温した乾燥機に、3分、5分、10分、15分投入し、取り出し後1分以内に、圧縮せん断試験を行った。なお、この試験では、サンプル形状を10mm×5mm×厚さ5mmとし、ハンドプレスで強度測定を行った。結果を表2および図2に示す。

【0094】

【表1】

磁石サンプルでは、比較例1および5の磁石サンプルと比較して、極めて短時間で所定の接着強度が得られることが確認できた。

【0098】

【発明の効果】以上説明してきたように、本発明によれば、ニッケルメッキ膜に対して反応不活性な接着剤の硬化不良を効果的に解消し、接着強度のバラツキが小さ

く、大きな接着強度を得ることができ、その結果、接着作業の効率化を実現できる磁石を提供できる。また本発明によれば、このような磁石を効率よく製造できる磁石の製造方法を提供できる。

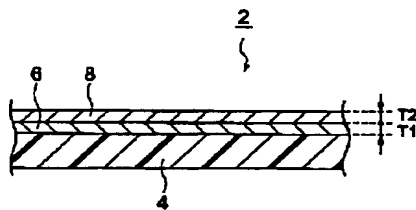
【図面の簡単な説明】

【図 1】 図 1 は本発明の一実施形態に係る永久磁石を示す概略断面図である。

【図 2】 図 2 は実施例 1、比較例 1 および比較例 5 の

【図 1】

図 1



それぞれの永久磁石サンプルについて、硬化時間と接着強度との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

2… 永久磁石

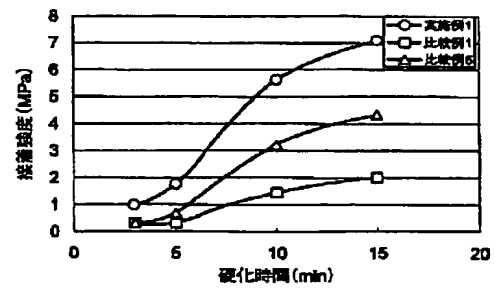
4… 磁石本体

6… ニッケルメッキ膜からなる保護膜

8… リン酸塩被膜

【図 2】

図 2



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

C 2 3 C 22/22
28/00
C 2 5 D 7/00
H 0 1 F 41/02
// C 2 2 C 38/00

3 0 3

F I

C 2 3 C 28/00
C 2 5 D 7/00
H 0 1 F 41/02
C 2 2 C 38/00
H 0 1 F 1/04

テマコード* (参考)

C 5 E 0 6 2
K
G
3 0 3 D
H

F ターム (参考)

4K018 AA27 FA24 KA45 KA58
4K024 AA03 AA09 AB02 BA02 BB14
BC07 CB12 DA04 DA07 GA04
4K026 AA02 AA12 BA03 BB10 CA13
CA23 DA16 EA08 EB05
4K044 AA02 AB08 BA06 BA17 BB03
BC02 BC05 CA04 CA16 CA18
5E040 AA04 BC01 BC08 BD01 CA01
HB00 HB14 NN05 NN17
5E062 CC03 CD04 CE04 CF01 CG07

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The magnet which has the magnet body containing rare earth elements, the protective coat which consists of nickel-plating film formed in the front face of said magnet body, and a phosphate coat with the thickness of less than 0.1 micrometers formed in the front face of said protective coat.

[Claim 2] The magnet according to claim 1 characterized by for said phosphate coat carrying out phosphate processing, and having formed it using the processing liquid which does not contain a fluoride.

[Claim 3] The magnet according to claim 1 or 2 which has further the substrate layer which was formed between said magnet bodies and said protective coats, and which uses copper as a principal component.

[Claim 4] The magnet according to claim 1 to 3 said whose magnet body is a R-TM-B system rare earth magnet containing R (however, more than a kind of the rare earth elements in which R contains Y), TM (however, transition element with which TM uses Fe as a principal component), and B.

[Claim 5] The magnetic manufacture approach of having the process which forms in the front face of the magnet body containing rare earth elements the protective coat which performs electroplating and consists of nickel-plating film, and the process which performs phosphate processing on the front face of said protective coat using the processing liquid which does not contain a fluoride, and forms a phosphate coat in it.

[Claim 6] The manufacture approach of a magnet according to claim 5 that said phosphate processing is in phosphoric-acid tin processing, phosphoric-acid iron processing, phosphoric-acid manganese processing, phosphoric-acid zinc processing and phosphoric-acid zinc calcium processing, and *****.

[Claim 7] The manufacture approach of the magnet according to claim 5 characterized by for pH of said processing liquid being four or less, and the processing temperature of said phosphate processing being 20-50 degrees C.

[Claim 8] The manufacture approach of the magnet according to claim 5 characterized by having contained nitrate ion at a rate of 2 - 30 g/l in said processing liquid.

[Claim 9] The manufacture approach of a magnet according to claim 5 of having the 1st head end process which uses an alkali solution for the front face of said magnet body, performs cleaning processing, performs chemical etching by the acid, and defecates the front face of said magnet body before forming said protective coat.

[Claim 10] The manufacture approach of a magnet according to claim 5 of using an alkali solution for the front face of said protective coat, performing cleaning processing, and having the 2nd head end process to wash before forming said phosphate coat.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to a magnet and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] Instead of a Sm-Co system magnet at the reasons of Nd which is rare earth is advantageous in resource compared with Sm, and Fe it is [Fe] a main ingredient is abundant, and high [magnetic properties], cheap, cheap, supply not using unstable and expensive Co to recent years, the rare earth magnet of a Nd-Fe-B system magnet is in use.

[0003] If a Nd-Fe-B system magnet is used as [this], various surface treatment will have been performed from having the fault of being very easy to corrode as compared with the general quality of iron steel materials.

[0004] Rustproofing of a Nd-Fe-B system magnet is cheap, and nickel plating which is excellent in corrosion resistance is adopted widely. And other members are used through adhesives on nickel plating on the front face of a magnet, fixing. For this kind of adhesives, epoxy system adhesives and anaerobic acrylic adhesives are used in many cases, especially anaerobic acrylic adhesives are selected by preference from workability being good, and there being little heat demagnetization, since curing temperature is low in many cases.

[0005] However, to activity reacting quickly highly consequently to iron or copper, anaerobic acrylic adhesives have the fault that reactivity is scarce, when adherend is nickel. the reaction which makes nickel representation -- although activator (primer) processing was performed to the adhesion side when pasting up inactive adherend, workability fell remarkably and in the case of an accessories configuration, it not only cannot employ the advantage of anaerobic acrylic adhesives efficiently, but it caused a cost rise in an adhesion process.

[0006] By the way, phosphoric-acid zinc processing is widely adopted as paint surface treatment of steel or aluminum. When phosphoric-acid zinc processing is performed to steel or aluminum, it is known that the crystal of phosphate will deposit as a coat on the front face, and the adhesion of a paint coat will improve.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, when the technique used for the paint surface treatment of such steel and aluminum was applied to nickel plating as it was, since the corrosion resistance of nickel was excellent, it did not fully react in the processing solution, and the crystal of phosphate did not deposit on a front face.

[0008] In addition, in JP,6-318512,A, after activating beforehand the front face of the nickel-plating film formed in the front face of a Nd-Fe-B system magnet body using the acid containing a fluoride, it processes with the phosphoric-acid zinc solution which contains a fluoride further, the phosphoric-acid zinc coat of 0.1-10 micrometers of thickness is formed in said nickel-plating film front face, and the approach of improving the adhesive property of a nickel-plating film front face is indicated according to the effectiveness of such a phosphoric-acid zinc coat. Here, a fluoride dissolves a nickel-plating front face compulsorily, in order to make it activated, the crystal of phosphoric-acid zinc is formed as a coat on nickel plating, and bond strength is improved.

[0009] However, according to the approach given [above-mentioned] in an official report, it was difficult to obtain the bond strength which bond strength may change with the conditions of

pretreatment (activation) by the acid containing a fluoride a lot, and the fault of being difficult also has the thickness control of a phosphoric-acid zinc coat, and was stabilized on production level. For this reason, the bond strength stabilized on production level was obtained, and development of the technique in which the increase in efficiency of adhesion is realizable was desired.

[0010] the purpose of this invention -- the nickel-plating film -- receiving -- a reaction -- it is offering the magnet which cancels poor hardening of inactive adhesives effectively, the variation in bond strength can be small, and can obtain big bond strength, consequently can realize the increase in efficiency of adhesion. Moreover, this invention also makes it the purpose to offer the magnetic manufacture approach that such a magnet can be manufactured efficiently.

[0011]

[Means for Solving the Problem] By performing phosphate processing using the processing liquid of a specific presentation of the front face of the nickel-plating film formed in the front face of a magnet body, the thickness control of the phosphate coat formed in said nickel-plating film front face becomes easy, consequently this invention person etc. is stabilized on production level, can make an adhesive improvement of a nickel-plating film front face, and came to complete a header and this invention for the increase in efficiency of adhesion being realizable.

[0012] The magnetic manufacture approach, i.e., the manufacture approach of the magnet concerning this invention, performs electroplating on the front face of the magnet body containing rare earth elements, and it has the process which forms the protective coat which consists of nickel-plating film, and the process which performs phosphate processing on the front face of said protective coat using the processing liquid which does not contain a fluoride, and forms a phosphate coat in it.

[0013] Preferably, pH of said processing liquid is four or less.

[0014] Preferably, the processing temperature of said phosphate processing is 20-50 degrees C.

[0015] Preferably, in said processing liquid, nitrate ion is contained at a rate of 2 - 30 g/l.

[0016] Preferably, before forming said protective coat, an alkali solution is used for the front face of said magnet body, cleaning processing is performed, chemical etching by the acid is performed, and it has the 1st head end process which defecates the front face of said magnet body.

[0017] Preferably, before forming said phosphate coat, an alkali solution is used for the front face of said protective coat, and cleaning processing is performed and it has the 2nd head end process to wash.

[0018] NaOH as an example of alkali is cheap and it is desirable to be easy to receive, and to use the alkali solution which makes this a principal component moreover, since the cleaning effectiveness is high.

[0019] Preferably, after forming said phosphate coat, alcoholic immersion of the magnet body is carried out, and it is air-dry.

[0020] The magnet concerning magnet this invention has the magnet body containing rare earth elements, the protective coat which consists of nickel-plating film formed in the front face of said magnet body, and a phosphate coat with the thickness of less than 0.1 micrometers formed in the front face of said protective coat.

[0021] Preferably, using the processing liquid which does not contain a fluoride, said phosphate coat carries out phosphate processing, and is formed.

[0022] Preferably, it has further the substrate layer which was formed between said magnet bodies and protective coats and which uses copper as a principal component.

[0023] As the common matter aforementioned phosphate, phosphoric-acid tin, phosphoric-acid iron, phosphoric-acid manganese, phosphoric-acid zinc, phosphoric-acid zinc calcium, etc. are illustrated.

[0024] As said magnet body, by this invention, especially if rare earth elements are included, it will not be limited, but especially effectiveness is large when it is a R-TM-B system rare earth magnet containing R (however, more than a kind of the rare earth elements in which R contains Y), TM (however, transition element with which TM uses Fe as a principal component), and B. The example of representation of a R-TM-B system rare earth magnet is a Nd-Fe-B system rare earth magnet.

[0025]

[Function] With the magnet concerning this invention, internal stress concerning said phosphate coat can be made small by forming a phosphate coat in the front face of the protective coat which consists

of nickel-plating film very thinly with less than 0.1 micrometers. For this reason, even if it pastes up various adhesives, such as for example, anaerobic acrylic adhesives, on this ultra-thin phosphate coat, there are very few possibilities that said phosphate coat may be destroyed. On the other hand, even if the thickness of a phosphate coat is less than 0.1 micrometers, without being destroyed, a coat is formed in homogeneity and it can expect to obtain the stable bond strength. namely, destruction according to the internal stress of the phosphate coat concerned by forming the thickness of a phosphate coat very thinly in this invention -- preventing -- equalization of thickness -- securing -- consequently, the nickel-plating film -- receiving -- a reaction -- hardening inhibition of various inactive adhesives (for example, anaerobic acrylic adhesives) can be controlled effectively, and the increase in efficiency of adhesion can be realized.

[0026] By the manufacture approach of the magnet concerning this invention, it faces forming a phosphate coat in the front face of the protective coat which consists of nickel-plating film formed in the front face of the magnet body containing rare earth elements, and phosphate processing is performed using the processing liquid which does not contain a fluoride. For this reason, the thickness control of a phosphate coat becomes easy, and thickness can stabilize for it and form a less than 0.1-micrometer phosphate coat on production level.

[0027] Although especially the concrete application of the magnet concerning this invention is not limited, various industrial rotating equipments, a noncommercial rotating equipment, optical pickup equipment, etc. are illustrated.

[0028] The various motors used for an automobile, a motorcycle, etc. as an industrial rotating equipment; the drive system of a machine tool etc. is illustrated. The various motors used for VTR, CD, MD, DVD, a cassette stereo, etc. as a noncommercial rotating equipment; the motor of OA equipment (a computer, a printer, copying machine, etc.) etc. is illustrated.

[0029] the optical-system block which is for optical pickup equipment to carry out record playback of the information at the optical disk which is a record medium, the light source, a light sensing portion, etc. are prepared on the objective lens driving gear made to move an objective lens in the direction of tracking and the direction of a focus of an optical disk, and a mount, projects a laser beam on an optical disk through an objective lens, and generally detects the reflected light -- since -- it is constituted. The magnet concerned is used for the magnetic circuit which is the configuration member of an objective lens driving gear when using the magnet of this invention for optical pickup equipment.

[0030]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, this invention is explained to a detail based on the operation gestalt shown in a drawing. The outline sectional view showing the permanent magnet which drawing 1 requires for 1 operation gestalt of this invention, and drawing 2 are graphs which show the relation between the setting time and bond strength about each permanent magnet sample of an example 1, the example 1 of a comparison, and the example 5 of a comparison.

[0031] As shown in permanent magnet drawing 1, as for the permanent magnet 2 concerning this operation gestalt, the protective coat 6 is formed in the front face of the magnet body 4. The phosphate coat 8 is formed in the front face of a protective coat 6.

[0032] The magnet body magnet body 4 is a R-TM-B system rare earth magnet containing R (however, more than a kind of the rare earth elements in which R contains Y), TM (however, transition element with which TM uses Fe as a principal component), and B with this operation gestalt.

[0033] the content of R, TM, and B -- $R \leq 5.5 \text{ atom } \% \leq 30 \text{ atom } \%$, $42 \text{ atom } \% \leq TM \leq 90 \text{ atom } \%$, and $B \leq 2 \text{ atom } \% \leq 28 \text{ atom } \%$ -- it comes out and a certain thing is desirable.

[0034] As rare earth elements R, at least one sort or the thing containing one or more sorts in La, Sm, Ce, Gd, Er, Eu, Pm, Tm, Yb, and Y is still more desirable among Nd, Pr, Ho, and Tb.

[0035] In addition, when using two or more sorts of elements as R, mixture, such as a misch metal, can also be used as a raw material.

[0036] As for the content of R, it is desirable that it is 5.5 to 30 atom %. if there are too few contents of R, since the magnetic crystal structure will serve as a cubic organization of the same structure as alpha-iron, if many [high coercive force (iHc) is not acquired and / too] -- R -- a rich nonmagnetic phase increases and a residual magnetic flux density (Br) falls.

[0037] As for the content of TM, it is desirable that it is 42 to 90 atom %. If there are too few contents of TM, Br will fall, and if many [too], iHc will fall. In addition, the temperature characteristic can be improved by permuting a part of Fe by Co, without spoiling magnetic properties. In this case, since magnetic properties will deteriorate if the amount of Co permutations exceeds 50% of Fe, as for the amount of Co permutations, considering as 50% or less is desirable.

[0038] As for the content of B, it is desirable that it is two to 28 atom %. if there are too few contents of B, since a magnetic crystal structure will serve as a rhombohedron organization, if many [iHc is inadequate and / too] -- B -- since a rich nonmagnetic phase increases, Br falls.

[0039] Moreover, nickel, Si, aluminum, Cu, calcium, etc. may contain the whole below 3 atom % as an unescapable impurity besides R, TM, and B.

[0040] Furthermore, improvement and low-cost-izing of productivity are realizable by permuting a part of B by one or more sorts in C, P, S, and Cu. In this case, as for the amount of permutations, it is desirable that it is below the whole 4 atom %. Moreover, one or more sorts, such as aluminum, Ti, V, Cr, Mn, Bi, Nb, Ta, Mo, W, Sb, germanium, Sn, Zr, nickel, Si, and Hf, may be added for improvement in coercive force, improvement in productivity, and low-cost-izing. In this case, as for an addition, it is desirable to carry out to below 10 atom % with the grand total.

[0041] The magnet body 4 in this operation gestalt has the main phase of the crystal structure of tetragonal system substantially. As for the particle size of this main phase, it is desirable that it is about 1-100 micrometers. And 1 - 50% of nonmagnetic phase is usually included by the volume ratio.

[0042] The protective coat protective coat 6 consists of plating film formed by the electroplating method. As for the plating film, it is desirable to contain nickel as a principal component. By using nickel as a principal component, the reinforcement of a protective coat 6 is raised and the outstanding rust-proofing effectiveness can be demonstrated.

[0043] As a protective coat 6, rack plating or barrel plating is suitably chosen according to the dimension and configuration of the magnet body 4. Since the protective coat 6 which consists of nickel-plating film formed by the electroplating method needs to be defect-free in order to acquire the outstanding corrosion resistance, 10-30 micrometers of thickness T1 of a protective coat 6 are about 10-20 micrometers more preferably.

[0044] In addition, an adhesive property does not change with the classes of nickel-plating film which constitutes a protective coat 6 sharply. However, in order to reduce concentration of the stress concerning the interface of the magnet body 4 and a protective coat 6 and to raise bond strength more, it is desirable to have a substrate layer (illustration abbreviation) further between the magnet body 4 and a protective coat 6. As for a substrate layer, it is desirable to contain Cu as a principal component. When such a substrate layer is prepared and a load is applied to the magnet object after adhesion, since Cu is soft, there is work which controls that stress concentrates on one place of an interface with a magnet object, and bond strength improves. Although especially the thickness of a substrate layer is not limited, it is about 5-10 micrometers preferably.

[0045] The phosphate coat phosphate coat 8 is formed of phosphate processing. With this operation gestalt, less than 0.1 micrometers of thickness T2 of the phosphate coat 8 are 0.01 micrometers or less preferably. If the internal stress which will be applied to the phosphate coat 8 if phosphate carries out a laminating thickly becomes large and an adhesion test is performed, the phosphate coat 8 will be destroyed simply. Moreover, the water of crystallization of phosphate may evaporate depending on the hardening conditions of adhesives, and a crack may arise on the phosphate coat 8. By setting thickness T2 of a coat 8 to less than 0.1 micrometers, the phosphate coat 8 serves as level unobservable under a microscope as a crystal structure, and the fault produced with the thick film is wiped away.

[0046] In addition, since the improvement of hardenability to the improvement effectiveness in bond strength which the phosphate coat 8 does, especially anaerobic acrylic adhesives will discover if the phosphate coat 8 exists in the front face of a protective coat 6, about 0.001 micrometers of minimums of the thickness T2 of the phosphate coat 8 is [preferably] about 0.005 micrometers.

[0047] An example of the manufacture approach of a permanent magnet, next the manufacture approach of the permanent magnet 2 concerning this operation gestalt is explained.

[0048] (1) Manufacture a magnet body first. It is desirable to use powder-metallurgy processing for

manufacture of the magnet body 4. Manufacture of the magnet body 4 by powder-metallurgy processing is performed by [as being the following].

[0049] First, the alloy of a desired presentation is produced using various alloy manufacture processes, such as casting and the strip cast method. Subsequently, after carrying out coarse grinding of the obtained alloy to the particle size of about 10-100 micrometers using coarse crushers, such as a jaw crusher, BURAUUMIRU, and a stamp mill, it is pulverized in particle size of about 0.5-5 micrometers with pulverizers, such as a jet mill and attritor. Subsequently, the obtained powder is preferably cast all over a magnetic field. The magnetic field strength at the time of molding is 600 or more kA/m preferably. The molding pressure force is 0.5 - 5 ton/cm² preferably. It is extent. Subsequently, at 1000-1200 degrees C, the acquired molding object is sintered for 0.5 to 10 hours, and is quenched. As for the ambient atmosphere at the time of sintering, it is desirable that it is inert gas, such as Ar gas. Then, heat treatment (aging treatment) is preferably performed at 500-900 degrees C in an inert gas ambient atmosphere for 1 to 5 hours.

[0050] Although the manufactured magnet body 4 is excellent in especially magnetic properties when R is Nd, having a negative expansion coefficient in the direction perpendicular to C shaft is known.

[0051] (2) Next, perform chemical etching by the acid and defecate the front face of said magnet body 4, after carrying out cleaning processing of the front face of the acquired magnet body 4 (the 1st pretreatment). Although this 1st pretreatment is processing of arbitration in this invention, by performing cleaning processing, it can remove the dirt of the front face of the magnet body 4, and has the merit which can form a protective coat 6 certainly. In addition, barrel finishing may be performed in order to remove the weld flash of the front face of the magnet body 4 etc. before cleaning processing.

[0052] The cleaning liquid used by cleaning processing will not be limited especially if used for usual steel. Generally an additive is not specified by using NaOH as a principal component.

[0053] As an acid used by chemical etching, it is desirable to use a nitric acid. When performing plating processing to common steel materials, the acid of non-oxidizing qualities, such as a hydrochloric acid and a sulfuric acid, is used in many cases. However, if it processes like the magnet body 4 in this operation gestalt using these acids when a magnet body contains rare earth elements, occlusion of the hydrogen generated with an acid will be carried out to the front face of a magnet body, an occlusion part will stiffen, and a lot of powder sheep melts will occur. As for this powder sheep melt, it is desirable not to make chemical etching processing liquid contain the acid of the non-oxidizing quality mentioned above in order to cause *****, the defect, and poor adhesion after surface treatment. Therefore, it is desirable to use the nitric acid whose generating of hydrogen is the acid of few oxidizing qualities, and since the irregularity of level [that it cannot check visually on a front face that aldonic acid or its salt contains in coincidence further] is formed and the adhesion force of a paint film improves, it is much more desirable. In addition, by aldonic acid or its salt, it realizes alternatively and improvement in such adhesion is not realized with other organic acids, for example, a citric acid, and a tartaric acid.

[0054] It is suitable for the amount of dissolutions of the front face of the magnet body 4 by such pretreatment to set 5 micrometers or more to 10-15 micrometers preferably by average thickness from a front face. If there are too few amounts of dissolutions, since the surface deterioration layer and surface oxidizing zone by processing of a magnet body are completely unremovable, the protective coat 6 mentioned later is not normally formed in the front face of the magnet body 4, but corrosion resistance will be worsened.

[0055] One or less **** of the nitric-acid concentration of the processing liquid used for pretreatment is 0.5 or less ****s especially preferably. If nitric-acid concentration is too high, the dissolution rate of the magnet body 4 is very quick, and control of the amount of dissolutions becomes difficult, especially variation becomes large in extensive processing like barrel processing, and dimensional accuracy of a product cannot be maintained. Moreover, if nitric-acid concentration is too low, it will become insufficient [the amount of dissolutions]. For this reason, as for especially nitric-acid concentration, it is [1 or less ****] desirable to consider as 0.5-0.05 or less ****s. Moreover, let the amount of dissolutions of Fe at the time of processing termination be 1 - 10 g/l extent.

[0056] In order to remove a little non-melt and a residual acid component completely from the front face of the magnet body 4 which pretreated, it is desirable to carry out washing which used the supersonic wave. As for this ultrasonic cleaning, it is desirable that the chlorine ion which makes the front face of the magnet body 4 generate rust carries out in very little ion exchange water. Moreover, same rinsing may be performed if needed in said ultrasonic-cleaning order and each process of said pretreatment.

[0057] (3) Next, form a protective coat 6 in the front face of the magnet body 4 with which pretreatment was performed by the electroplating method. By forming a protective coat 6 using an electroplating method, the protective coat 6 which is high performance resist can be formed by low cost. As a plating bath used for electroplating of nickel, the Watts bath (that is, let a nickel sulfate and a way acid be principal components) which does not contain a nickel chloride, a sulfamic acid bath, a way fluoride bath, a nickel bromide bath, etc. are mentioned. However, since the dissolution of an anode plate decreases in this case, it is desirable to supplement a bath with nickel ion. As for nickel ion, it is desirable to supply as a solution of a nickel sulfate or nickel bromide.

[0058] In addition, in order to prevent the permutation deposit of Cu to the front face of the magnet body 4 in forming the substrate layer (illustration abbreviation) which contains Cu as a principal component before forming a protective coat 6 in the front face of the magnet body 4 after pretreatment for example, it is desirable to process in the weak alkaline bath of pH 7-10. The nickel-plating bath mentioned above when the substrate layer which contains Cu as a principal component was formed is not limited to the instantiation mentioned above, and even if it forms the protective coat 6 which consists of nickel-plating film by the bath containing a nickel chloride, it does not spoil corrosion resistance. That is, a protective coat 6 may be formed using the bath which contains a nickel chloride in this case.

[0059] (4) Next, fully defecate a front face with pure water after carrying out cleaning processing of the front face of a protective coat 6 (the 2nd pretreatment). Although this 2nd pretreatment is also processing of arbitration in this invention, by performing cleaning processing, the dirt (organic substance, such as a brightener) adhering to the front face of a protective coat 6 can be removed, and there is a merit which can form the phosphate coat 8 certainly.

[0060] Although the cleaning liquid used by cleaning processing will not be limited especially if the organic substance is removable, effectiveness is the highest and it is desirable to use an alkali solution. An additive is not specified that an alkali solution should just be a thing which used NaOH as the principal component and which is used for usual steel.

[0061] (5) Next, perform phosphate processing on the front face of a protective coat 6, and form the phosphate coat 8 in it. The magnet body 4 with which the protective coat 6 was formed in the phosphate bath adjusted to predetermined concentration and temperature is immersed, and, specifically, the phosphate coat 8 is formed in the front face of a protective coat 6.

[0062] As processing liquid used for phosphate processing, phosphoric-acid tin processing liquid, phosphoric-acid iron processing liquid, phosphoric-acid manganese processing liquid, phosphoric-acid zinc processing liquid, phosphoric-acid zinc calcium processing liquid, etc. are illustrated. The adhesion effectiveness will be given to the protective coat 6 which consists of nickel-plating film if either of these processing solutions is used. Especially as a component of the phosphoric-acid zinc processing liquid as an example in these, although not limited, zinc ion, phosphoric-acid ion, nitrate ion, etc. are illustrated. the desirable concentration of each [these] ion -- zinc ion:0.4 - 3.0 g/l -- especially -- 0.5 - 2.0 g/l and phosphoric-acid ion:5 - 40 g/l -- especially -- 7 - 30 g/l and nitrate ion: - - it comes out two to 10 g/l especially two to 30 g/l.

[0063] When zinc ion concentration is too low, there is an inclination which cannot form the uniform phosphate coat 8 in the front face of a protective coat 6. On the other hand, when zinc ion concentration is too high, there is an inclination for the thickness T2 of the phosphate coat 8 to become thick too much, and to become inadequate [bond strength].

[0064] When phosphoric-acid ion concentration is too low, there is an inclination which cannot form the uniform phosphate coat 8. On the other hand, if phosphoric-acid ion concentration is too high, improvement in the formation effectiveness of the phosphate coat 8 is not expectable.

[0065] Nitrate ion is added as a formation accelerator of the phosphate coat 8 to the protective coat 6 top which consists of nickel-plating film. If nitrate ion concentration is too low, since the dissolution

of the protective coat 6 which consists of nickel-plating film will hardly take place, there is an inclination which cannot form the phosphate coat 8 in the front face of a protective coat 6. On the other hand, when nitrate ion concentration is too high, the coat formation effectiveness beyond it is not not only expectable, but it promotes passivation of nickel and there is an inclination which checks formation of the phosphate coat 8.

[0066] Also in other phosphate processing solutions, i.e., phosphoric-acid manganese, phosphoric-acid iron, phosphoric-acid zinc calcium, etc., it is possible to process in the same way as phosphoric-acid zinc.

[0067] Moreover, in phosphoric-acid zinc processing of aluminum, peroxide and a fluoride are used as a coat formation accelerator, but nickel front face may reduce rough ** past *****. For this reason, it is desirable to use the nitrate ion with which a reaction advances comparatively gently.

[0068] As for pH of processing liquid, it is desirable that it is four or less. When pH of processing liquid is too high, phosphoric-acid zinc cannot be dissolved into processing liquid, but the gestalt of phosphate changes, and it is because there is an inclination for a phosphate coat not to be formed in the front face of the protective coat 6 which consists of nickel-plating film in order to sludge and to precipitate in a solution. In addition, since there is a possibility of barring formation of the phosphate coat 8, invading the protective coat 6 which consists of nickel-plating film, and spoiling moisture resistance when pH of processing liquid is too low, the minimum is 2 preferably.

[0069] Especially since a problem is not produced at all in the adhesive property acquired also on the conditions performed with usual steel, the processing temperature in the bath presentation of the above-mentioned range is not limited. However, when processing temperature is too low, there is an inclination for a reaction in processing liquid to be scarce and for processability to fall. On the other hand, since there is a possibility of silverfish etc. occurring and spoiling a fine sight when processing temperature is too high, 20-50 degrees C of processing temperature are 30-50 degrees C more preferably.

[0070] The processing time in the bath presentation of the above-mentioned range is 5 - 15 minutes more preferably for 3 to 30 minutes. When the processing time is too short, there is an inclination which processing liquid does not fully contact, but it becomes inadequate reacting it, and cannot form the uniform phosphate coat 8 in the front face of a protective coat 6. On the other hand, when the processing time is too long, the thickness T2 of the phosphate coat 8 is set to 0.1 micrometers or more, and there is an inclination for bond strength to fall. That is, by making the processing time into the specific range, the phosphate coat 8 with the thickness of less than 0.1 micrometers can be stably formed on production level.

[0071] (6) Next, wash and dry with pure water. Although it usually dries at 80-150 degrees C and surface moisture is removed at this time, it is desirable that carry out alcoholic immersion for process simplification, and it is also air-dry. Since the phosphate coat 8 formed in the front face of a protective coat 6 is a coat of level unobservable under a microscope, if moisture is removed to some extent, the coat crack by the moisture evaporation at the time of desiccation like a thick film (water-of-crystallization ****) etc. will hardly produce it.

[0072] (7) By passing through the above process, the permanent magnet 2 concerning this operation gestalt shown in drawing 1 is manufactured.

[0073] As mentioned above, although the operation gestalt of this invention has been explained, as for this invention, it is needless to say that it can carry out in the mode which becomes various within limits which are not limited to such an operation gestalt at all, and deviate from the summary of this invention.

[0074]

[Example] Hereafter, although this invention is explained based on a still more detailed example, this invention is not limited to these examples.

[0075] Coarse grinding of the ingot which consists of a presentation of 14.7Nd-79.2Fe-6.1B (a figure is an atomic ratio) created with example 1 powder-metallurgy processing was carried out, and the impalpable powder whose mean particle diameter is about 3.5 micrometers was further obtained by jet mill grinding by inert gas. Magnetic field molding of the obtained impalpable powder was carried out, and the sintered compact was obtained through sintering and heat treatment. The obtained sintered compact was cut down and processed into magnitude with a 10mmx20mmx thickness of

5mm, it beveled by barrel finishing processing further, and the body of a permanent magnet was acquired.

[0076] Subsequently, the protective coat which performs electric nickel plating through the process of etching after washing with alkaline cleaning liquid, and becomes the front face of the body of a permanent magnet from the electric nickel-plating film about the sample of this body of a permanent magnet was formed. The thickness of the protective coat which consists of electric nickel-plating film was 15 micrometers.

[0077] Subsequently, after degreasing the body of a permanent magnet with which the protective coat was formed with an alkali solution (the Meltex make, en DOKKUSU Q-576S), pure-water washing was performed.

[0078] Subsequently, phosphate (phosphoric-acid zinc) processing was performed using the processing liquid which does not contain the fluoride of the presentation shown below.

Zinc ion : 1.0 g/l, phosphoric-acid ion : 15.0 g/l, nitrate ion : 3.2 g/l, processing temperature : 50 degrees C, immersion time amount : 5 minutes.

[0079] After immersion, pure water washed, it dried on 100 degrees C and the conditions for 10 minutes, and the permanent magnet sample was obtained. When the thickness of a phosphoric-acid zinc coat was observed by SEM (Scanning Electron Microscope), it was less than 0.1 micrometers.

[0080] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having made immersion time amount to the processing liquid in example 2 phosphate processing into 30 minutes. When the thickness of a phosphoric-acid zinc coat was observed by SEM, it was less than 0.1 micrometers like the example 1.

[0081] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having performed phosphate (phosphoric-acid manganese) processing using the processing liquid shown in the example 3 following. When the thickness of a phosphoric-acid manganese coat was observed by SEM, it was less than 0.1 micrometers like the example 1.

[0082]

Manganese ion: 1.2 g/l, iron ion : 0.3 g/l, phosphoric-acid ion : 16.0 g/l, nitrate ion : 4.0 g/l.

[0083] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having performed phosphate (phosphoric-acid zinc calcium) processing using the processing liquid shown in the example 4 following. When the thickness of a phosphoric-acid zinc calcium coat was observed by SEM, it was less than 0.1 micrometers like the example 1.

[0084]

Zinc ion : 1.0 g/l, calcium ion: 0.3g [1.] /, phosphoric-acid ion : 14.0g [1.] /, nitrate ion : 3.0 g/l.

[0085] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having not performed example of comparison 1 phosphoric-acid zinc processing.

[0086] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having performed phosphoric-acid zinc processing using the processing liquid which consists of an acid (the product made from Japanese MAGUDAMIDDO, METEKKUSU acid salt M-629, and 120g/(l.)) containing example of comparison 2 fluoride. It was 3 micrometers when the thickness of a phosphoric-acid zinc coat was computed by having performed cross-section observation using the electron microscope.

[0087] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having performed phosphoric-acid zinc processing using the processing liquid shown in the example of comparison 3 following. It was 8 micrometers when the thickness of a phosphoric-acid zinc coat was computed like the example 2 of a comparison.

[0088]

Zinc ion : 1.0 g/l, phosphoric-acid ion : 15.0 g/l, nitrate ion : 3.2 g/l, ** hydrofluoric acid: 2.0 g/l.

[0089] The permanent magnet sample was obtained like the example 1 except having performed phosphoric-acid zinc processing using the processing liquid shown in the example of comparison 4 following. It was 12 micrometers when the thickness of a phosphoric-acid zinc coat was computed like the example 2 of a comparison.

[0090]

Zinc ion : 1.0 g/l, phosphoric-acid ion : 15.0 g/l, nitrate ion : 3.2 g/l, ** hydrofluoric acid: 5.0 g/l.

[0091] After carrying out alkaline degreasing of the protective coat which consists of example of

comparison 5 nickel-plating film, 40 degrees C of permanent magnet samples were obtained like the example 1 by being immersed for 10 minutes in the chromic anhydride solution of 20 g/l except having formed the clo mate coat on the surface of the protective coat. It was 0.8 micrometers when the thickness of a clo mate coat was computed like the example 2 of a comparison.

[0092] The following trials were performed in order to perform the comparison with the evaluation approach phosphoric-acid zinc coat and bond strength. the front face of the phosphoric-acid zinc coat of each permanent magnet sample obtained by examples 1-4 and the examples 1-5 of a comparison - anaerobic acrylic adhesives (loctite 638UV) -- 0.008-0.010 -- it applied about g, and after being stuck to the griddle by which the front face was washed by pressure, the compression shear test was performed in the dryer which carried out the temperature up to 100 degrees C after the 30-minute injection. It made the measurement size each into ten pieces, and the average was made into bond strength. The compression shear test was performed the rate for 5mm/at the room temperature. A result is shown in Table 1.

[0093] The following trials were performed in order to perform the comparison with the setting time and bond strength. the front face of the phosphoric-acid zinc coat of each permanent magnet sample obtained by the example 1 and the examples 1 and 5 of a comparison -- anaerobic acrylic adhesives (loctite 638UV) -- 0.002-0.003 -- it supplied [for 3 minutes] to the dryer which carried out the temperature up to 100 degrees C beforehand after being stuck to the griddle which is applied about g, and by which the front face was washed by pressure for 15 minutes for 10 minutes for 5 minutes, and the compression shear test was performed within 1 minute after extraction. In addition, in this trial, the sample configuration was made into 5mm in 10mmx5mmx thickness, and the hand press performed measurement on the strength. A result is shown in Table 2 and drawing 2 .

[0094]

[Table 1]

表 1

	リン酸亜鉛被膜の 膜厚 (μm)	接着強度 (N/mm ²)		
		平均値	最大値	最小値
実施例1	<0.1	7.2	7.4	6.7
実施例2	<0.1	7.1	7.6	6.7
実施例3	<0.1	7.4	7.8	7.1
実施例4	<0.1	7.0	7.3	6.5
比較例1	0	2.2	2.7	0.9
比較例2	3	4.3	7.5	3.2
比較例3	8	3.8	6.8	3.3
比較例4	12	3.9	6.3	2.8
比較例5	0.8	3.9	5.7	2.8

[0095]

[Table 2]

表 2

	取出時間 (分)			
	3	5	10	15
	接着強度 (N/mm ²)			
実施例1	1.0	1.7	5.4	6.9
比較例1	0.2	0.4	1.4	2.0
比較例5	0.3	0.7	3.1	4.2

[0096] as shown in the consideration table 1, as compared with the magnet sample of the examples 1-5 of a comparison, bond strength was markedly alike, and was excellent in the magnet sample of the examples 1-4 whose thickness of a phosphoric-acid zinc coat is less than 0.1 micrometers, and, moreover, it has checked that there was also little the variation.

[0097] As shown in Table 2 and drawing 2, with the magnet sample of an example 1, it has checked that bond strength predetermined in a short time was obtained extremely as compared with the magnet sample of the examples 1 and 5 of a comparison.

[0098]

[Effect of the Invention] according to [as explained above] this invention -- the nickel-plating film -
- receiving -- a reaction -- the magnet which cancels poor hardening of inactive adhesives effectively, the variation in bond strength can be small, and can obtain big bond strength, consequently can realize the increase in efficiency of adhesion can be offered. Moreover, according to this invention, the magnetic manufacture approach that such a magnet can be manufactured efficiently can be offered.

[Translation done.]

* NOTICES *

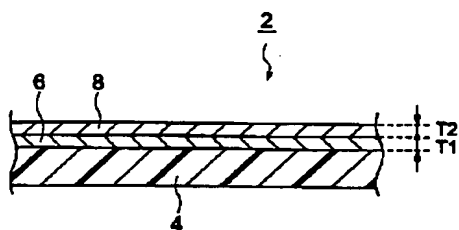
JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

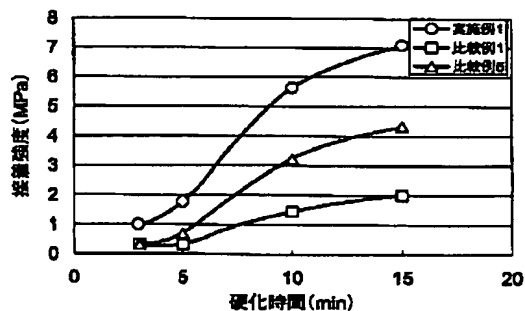
[Drawing 1]

図 1



[Drawing 2]

図 2



[Translation done.]